

**ОЦЕНКА ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ТЕРМОМАГНИТОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИТНОЙ ФАЗЫ****А.Л. Астафьев, Е.Н. Лысенко, Р.Н. Гамиров**

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. А.П. Суржиков

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: astafyev@tpu.ru**ESTIMATION OF THE THERMOMAGNETOMETRIC METHOD SENSITIVITY FOR MAGNETIC
PHASE DETERMINATION****A.L. Astafyev, E.N. Lysenko, R.N. Gamirov**

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.P. Surzhikov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenina ave., 30, 634050

E-mail: astafyev@tpu.ru

In this article, the sensitivity of thermomagnetometric method for magnetic phase determination in a components mixture was estimated by thermogravimetric analysis in magnetic field of lithium-zinc ferrite and iron dioxide mixture with ferrite content of 2, 4, 6 and 100%. It was shown that the thermomagnetometric method allows to determine a ferrite magnetic phase which is not less than 2 mass % in analyzed mixture.

Ферриты являются одним из ключевых элементов большинства современных электронных и радиотехнических устройств. При получении многокомпонентных ферритовых материалов большое внимание следует уделять фазовому составу продуктов синтеза.

Одним из наиболее распространенных методов контроля фазового состава является метод рентгенофазового анализа (РФА). Однако в случае литий-замещенных феррошпинелей, РФА требует дополнительных процедур уточнения полученных данных, поскольку на стадии синтеза возможно образования целого ряда феррошпинелей вида $\text{Li}_{0.5(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_{2.5-0.5x}\text{O}_4$, имеющих близкие параметры решетки [1]. Таким образом, невозможность корректного разложения рентгеновских отражений приводит к необходимости разработки дополнительного метода оценки фазового состава. Одним из таких методов является метод термоманометрического анализа ТГ/ДТГ, который представляет собой метод термогравиметрического анализа с приложенным на образцы магнитным полем [2]. Возможности метода ТГ/ДТГ оценки фазового состава ферритовых материалов продемонстрированы в ряде работ как на качественном [3], так и на количественном уровне [4]. Однако, для широкого использования данной методики на практике следует тщательно проработать граничные условия её применения. Таким образом, в настоящей работе предпринята попытка определить минимальную чувствительность термоманометрического метода определения магнитной фазы на примере литий-замещённой феррошпинели $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$.

Методика эксперимента. Исследованный литий-замещенный феррит изготавливался методом твердофазного синтеза по реакции $\text{Li}_2\text{CO}_3 + 6\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{ZnO} \rightarrow 5\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4 + \text{CO}_2$ на воздухе, в печи сопротивления при температуре 800 °С в течении 6 часов с включением промежуточных операций

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

помола и измельчения через каждые 120 минут. Результат рентгенофазового анализа показал 100% наличие $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$ фазы после проведения синтеза. Затем литиевый феррит смешивали в агатовой ступке с порошком $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (немагнитная фаза) в различных весовых пропорциях таким образом, чтобы получились образцы с относительным весовым содержанием фазы $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$ равным 2, 4, 6 и 100%. Таким образом, образцы представляли собой смесь магнитной и немагнитной фаз $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ с различным весовым содержанием.

Исследуемые образцы подвергались ТГ/ДТГ анализу, проводимому на термическом анализаторе STA 449C Jupiter фирмы Netzsch (Германия) с прикрепленной магнитной сборкой для осуществления контроля над магнитным состоянием образцов. Нагрев образцов осуществлялся в корундовых тиглях на воздухе с линейной скоростью 50 °С/мин. Для обработки ТГ/ДТГ результатов использовали программу «Proteus Analysis» (Netzsch, Германия).

Экспериментальные результаты и их обсуждение. Как показано в работе [3], содержание ферритовой фазы можно определить по величине скачка в весовой зависимости при прохождении образцом температуры Кюри во внешнем магнитном поле (рис.1). В отсутствие магнитного поля весовых изменений не наблюдается (рис.1, ТГ пунктирная кривая). Если приложить внешнее магнитное поле, то на кривой ТГ появляется весовой скачок Δm (рис.1, ТГ сплошная кривая), обусловленный прекращением магнитного взаимодействия между ферритом и приложенным полем. По положению максимума деривативной ДТГ кривой в области скачка Δm можно определить температуру Кюри.

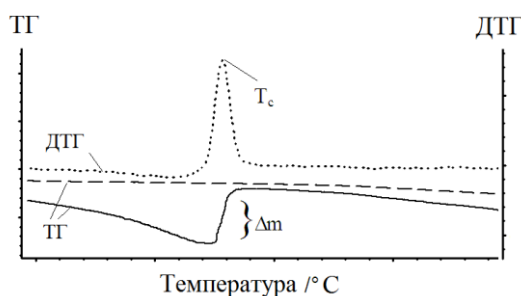


Рис.1. ТГ/ДТГ кривые для ферритового материала при нагреве в магнитном поле (сплошная кривая ТГ, точечная кривая ДТГ) и без наложения поля (пунктирная кривая ТГ).

На рисунке 2 представлены ТГ и ДТГ кривые для образцов $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ с различным содержанием литий-цинковой ферритовой фазы. Анализ кривых для чистого литиевого феррита (рис. 2а) показывает магнитный фазовый переход при температуре, соответствующей точке Кюри для $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$ [4]. При этом высота скачка на ТГ кривой максимальна и равна 0.324 %. (табл. 1). С уменьшением содержания магнитной фазы в смеси (рис. 2 б, в, г), наблюдается уменьшение высоты скачка ТГ кривой вплоть до 0.003% для смеси с 2% содержанием $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$. При этом отчетливо можно оценить положение, высоту и полуширину кривой ДТГ. И как показано в работе [4], полученные значения площадей пиков ДТГ можно сопоставить с количественным содержанием фаз в феррите.

Таким образом, результаты показали, что метод терромагнитометрического анализа позволяет определить ферритовую фазу с весовым содержанием, по крайней мере, не менее чем 2 %. Однако, данная работа требует продолжения в плане определения чувствительности терромагнитометрического метода определения фазового состава ферритов с различной намагниченностью.

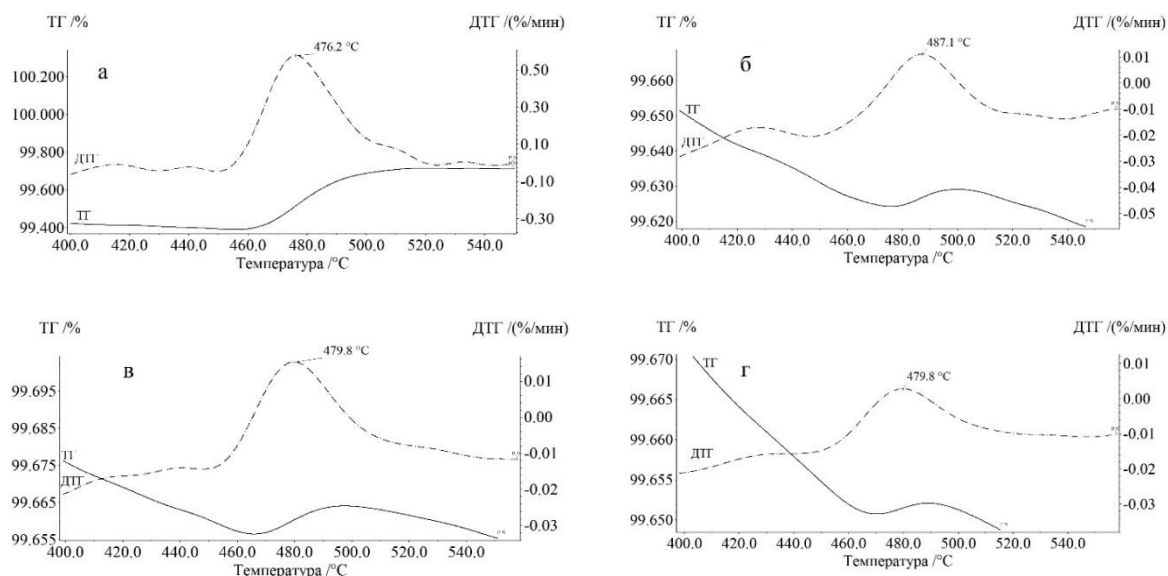


Рис. 2. ТГ/ДТГ зависимости для образцов $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ при различном содержании литий-цинковой фазы в смеси: а – 100 вес.%; б – 2 вес.%; в – 4 вес.%; г – 6 вес.%.

Таблица 1

Параметры магнитного фазового перехода для $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$

Содержание фазы $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$ в смеси (%)	Весовой скачок, Δm (%)	Температура Кюри, T_c (°C)
100	0,324	476,2
6	0,01	486,4
4	0,01	478,3
2	0,003	486,4

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках государственного задания в сфере научной деятельности.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Левин Б.Е., Третьяков Ю.Д., Летюк Л.М. Физико-химические основы получения, свойства и применение ферритов. – М.: Металлургия, 1979. – 472 с.
2. Gallagher P.K. Thermomagnetometry. // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 1997. – V.49. – № 1. – С. 33–44.
3. Surzhikov A.P., Pritulov A.M., Lysenko E.N., Vlasov V.A., Vasendina E.A., Malyshev A.V. Analysis of the phase composition and homogeneity of ferrite lithium-substituted powders by the thermomagnetometry method // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2013 – Vol. 112. – P. 739-745.
4. Astafyev A.L., Lysenko E.N., Surzhikov A.P., Neudahina N.A. Development of control method for ferrite phase composition using thermomagnetometric analysis // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – Vol. 66. – Paper #012037.